

CHSK_{Mn}(modifikace)

Podstata stanovení: Vzorek se zahřívá ve vroucí vodní lázni po určenou dobu (10 min) se známým objemem odměrného roztoku manganistanu draselného v prostředí kyseliny sírové. Část manganistanu se redukuje oxidovatelnými látkami přítomnými ve vzorku. Spotřeba manganistanu se stanoví po přidavku přebytku roztoku šťavelanu titrací tohoto přebytku odměrným roztokem manganistanu.

Činidla:

(1) Kyselina sírová, (H_2SO_4) = 1,84 g/ml, 18 mol/l

(2) Kyselina sírová, (H_2SO_4) = 7,5 mol/l, asi k 500 ml vody se pomalu a za stálého míchání přidá 420 ml kyseliny sírové ad (1). Po ochlazení se objem doplní na 1 litr.

(3) Kyselina sírová, (H_2SO_4) = 2 mol/l, asi k 500 ml vody se pomalu a za stálého míchání přidá 110 ml kyseliny sírové ad (1). Potom se pomalu přidává roztok manganistanu draselného (7) do stálého růžového zabarvení. Po vychladnutí se roztok doplní vodou na jeden litr a promíchá.

(4) Šťavelan sodný, zásobní roztok, ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) = 0,05 mol/l, Šťavelan sodný se suší 2 h při 120 °C. Ve vodě v odměrné baňce na 1000 ml se rozpustí 6,700 g vysušené soli. Objem se doplní po rysku vodou a roztok se promíchá. Roztok je stálý 6 měsíců, uchovává-li se ve tmě.

(5) Šťavelan sodný, odměrný roztok, ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) = 5 mmol/l, Do odměrné baňky na 1000 ml se odpipetuje 100 ml $\pm 0,25$ ml zásobního roztoku šťavelanu sodného (4), objem se doplní po rysku vodou a roztok se promíchá. Tento odměrný roztok je stálý 2 týdny.

(6) Manganistan draselný, zásobní roztok, (KMnO_4) $\approx$ 20 mmol/l, ve vodě se rozpustí asi 3,2 g manganistanu draselného a doplní na 1000 ml. Roztok se zahřívá 2 h při 90 °C až 95 °C, nechá vychladnout a uloží se nejméně na dva dny. Čirý roztok se odlije a skladuje v tmavé lahvi.

(7) Manganistan draselný, odměrný roztok, $c(\text{KMnO}_4) \approx 2$ mmol/l, Do odměrné baňky na 1000 ml se odpipetuje 100 ml zásobního roztoku manganistanu draselného (6). Roztok se doplní po rysku vodou a promíchá. Tento odměrný roztok je stálý několik měsíců, je-li uchováván ve tmě. Roztok je nutno kalibrovat. K roztoku po slepém stanovení se přidá 5 ml odměrného roztoku šťavelanu sodného (5). Vzorek se zahřeje na cca 80 °C a titruje odměrným roztokem manganistanu draselného (7) do světle růžového zbarvení.

Postup stanovení:

Okamžitě po přijetí v laboratoři se vzorek okyslí 5 ml kyseliny sírové (2) na každý litr, nebylo-li to učiněno již během odběru vzorků v terénu, a to vždy, ať už se vzorek před rozbořením dále skladuje, nebo ne. Do zkumavky se odpipetuje 25,0 ml $\pm 0,25$ ml zkoušeného vzorku (nebo zředěného vzorku). Přidá se 5 ml $\pm 0,5$ ml kyseliny sírové (3) a směs se mírným kroužením promíchá. Zkumavka se umístí do blokového termostatu na dobu 10 min ± 2 min (teplota se musí pohybovat v rozsahu 96-98 °C). Přidá se 5 ml $\pm 0,05$ ml odměrného roztoku manganistanu draselného (7) a od té chvíle se počítá čas. Po 10 min ± 15 s se přidá 5 ml $\pm 0,05$ ml odměrného roztoku šťavelanu sodného (5.5) a vyčká se do odbarvení roztoku. Potom se ještě za horka titruje odměrným roztokem manganistanu draselného (7) do světle růžového odstínu, který vydrží asi 30 s. Zaznamená se spotřeba roztoku manganistanu.

Výpočet:

$$\rho \text{ CHSK}_{\text{Mn}} (\text{mg.l}^{-1}) = \frac{a \cdot f \cdot 80}{V}$$

a - spotřeba manganistanu při titraci vzorku v ml

f - faktor manganistanu

V - objem vzorku vzatý do práce

Poznámky:

- a) Dojde-li k odbarvení nebo zhnědnutí roztoku za varu, je třeba stanovení opakovat s ředěným vzorkem.
- b) Spotřeba odměrného roztoku manganistanu nesmí být vyšší než 3 ml. V opačném případě se musí stanovení provádět znovu se zředěným vzorkem. U ředěných vzorků nesmí být spotřeba menší než 1 ml.
- c) Varné zkumavky musí být předem vyvařeny bez nečistot. Osvědčilo se ponechávat roztoky po titraci ve zkumavkách do dalšího stanovení CHSK_{Mn} .
- d) Výsledky jsou srovnatelné jen za pečlivého dodržení všech podmínek stanovení. Lze kontrolovat stanovením CHSK standardní látky (kyselina šťávelová), jejíž hodnota CHSK_{Mn} je známa.